

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ
(РОСПАТЕНТ)

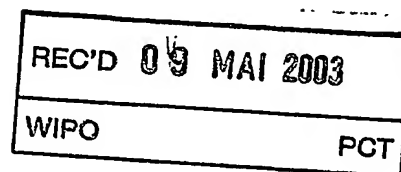


ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ИНСТИТУТ
ПРОМЫШЛЕННОЙ СОБСТВЕННОСТИ

Бережковская наб., 30, корп. 1, Москва, Г-59, ГСП-5, 123995
Телефон 240 60 15. Телекс 114818 ПДЧ. Факс 243 33 37

Наш № 20/12-194

Rec'd PCT/PTO 29 SEP 2004
PCTRU 03/00116



XX

«15» апреля 2003 г.

СПРАВКА

Федеральный институт промышленной собственности (далее – Институт) настоящим удостоверяет, что приложенные материалы являются точным воспроизведением первоначального описания, формулы, реферата и чертежей (если имеются) заявки № 2002108066 на выдачу патента на изобретение, поданной в Институт в апреле месяце 02 дня 2002 года (02.04.2002).

Название изобретения:

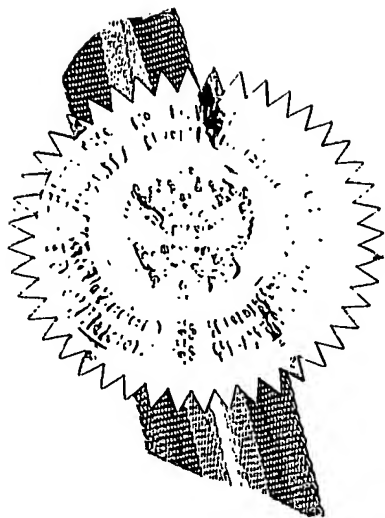
Устройство для вытягивания монокристаллов

Заявитель:

КОСТИН Владимир Владимирович

Действительные авторы:

КОСТИН Владимир Владимирович



PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Заведующий отделом 20

А.Л. Журавлев

BEST AVAILABLE COPY

УСТРОЙСТВО ДЛЯ ВЫТЯГИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ

Предполагаемое изобретение относится к области металлургии полупроводников и может быть использовано при выращивании монокристаллов кремния, германия и соединений группы $A^{III}B^V$ методом Чохральского.

Известны устройства для выращивания монокристаллов, содержащие установленный в подставке тигель для расплава, вокруг которого размещен нагреватель с токоподводами и система теплоизоляции, причем подставка, нагреватель и система теплоизоляции выполнены из углеродных материалов [1; 2].

При вытягивании монокристаллов с использованием этих устройств применяют нагреватель с вертикальными прорезями. Такой нагреватель имеет большую массу, что увеличивает тепловые потери и приводит к существенной инерционности по отношению к нагреву и охлаждению, а это в свою очередь ухудшает управление процессом. Наличие щелей и неравномерное протекание тока по различным участкам нагревателя приводит к возникновению нарушений симметричности теплового поля, создаваемого нагревателем, и к ухудшению по этой причине качества получаемых монокристаллов. Непосредственное взаимодействие паров SiO из атмосферы камеры выращивания с нагретыми углеродсодержащими деталями теплового узла приводит к загрязнению растущего кристалла углеродом, что также ухудшает его качество.

Наиболее близким к заявляемому устройству является устройство для вытягивания монокристаллов, содержащее тигель с подставкой, нагреватель и экран, имеющий основу из прессованного графита, верхняя часть которой покрыта слоем пироуглерода [3]. Такой экран обеспечивает стабильность поддержания температуры внутри тигля (препятствует падению температуры). Однако, здесь также используется обычный нагреватель с прорезями, имеющий указанные выше недостатки.

Техническим результатом предполагаемого изобретения является значительное снижение массы нагревателя, что позволяет существенно уменьшить расход электроэнергии. Кроме того, обеспечивается снижение инерционности нагревателя, что облегчает управление процессом. За счет повышения симметричности теплового поля,

создаваемого нагревателем, наблюдается повышение структурного совершенства вытягиваемых монокристаллов. При этом выращенные монокристаллы имеют пониженное содержание углерода (на уровне лучших аналогов).

Указанный технический результат обеспечивается тем, что в известном устройстве для выращивания монокристаллов, содержащем тигель с подставкой, нагреватель и, по меньшей мере, один теплоизолирующий экран, согласно изобретению, нагреватель выполнен из гибкого углеродсодержащего материала в виде цилиндра, торцы которого закреплены между коаксиально расположенными жесткими кольцами из углеродного материала, подсоединенными к источнику тока, причем на поверхности нагревателя с внутренней стороны расположен слой нитрида кремния.

Нагреватель может быть выполнен с толщиной стенки, определяемой из соотношения:

$$\delta \cdot \rho \cdot c = 500-8500 \text{ Дж/м}^2 \cdot \text{К}, \text{ где:}$$

δ - толщина стенки нагревателя, м;

ρ - плотность материала, из которого изготовлен нагреватель, кг/м^3 ;

c - удельная теплоемкость материала, из которого изготовлен нагреватель (при рабочей температуре), $\text{Дж/кг} \cdot \text{К}$.

Кольца из углеродного материала могут быть подсоединены к источнику тока через теплоизолирующие экраны.

На поверхности нагревателя с внешней стороны может быть расположен слой нитрида кремния.

Кроме того, тигель или подставка могут быть выполнены из нитрида кремния.

Тигель и подставка устройства могут быть выполнены из нитрида кремния и представляют собой одно целое.

Гибкий углеродсодержащий материал нагревателя может быть дополнительно уплотнен пироуглеродом и/или карбидом кремния.

Устройство может дополнительно содержать теплоизолятор из ткани и/или войлока, изготовленных из кремнеземного или кварцевого волокна.

Сущность предлагаемого технического решения заключается в том, что нагреватель из гибкого углеродсодержащего материала представляет собой сплошной

(без щелей) тонкостенный цилиндр, а кольца из углеродного материала жестко удерживают его форму и препятствуют образованию складок на этом материале. Масса такого нагревателя на порядки меньше, чем в известных аналогах, благодаря чему существенно снижается расход электроэнергии, поскольку нагреву до максимальных температур подвергается значительно меньшая масса нагревателя и в нем отсутствуют щели. Нагреватель имеет меньшую инерционность при нагреве и охлаждении. Благодаря этому улучшается управление процессом. Кроме того, из-за отсутствия щелей в нагревателе улучшается симметричность создаваемого им теплового поля. Значительно снижается загрязнение кристалла углеродом в процессе его выращивания за счет наличия слоя из инертного материала - нитрида кремния, изолирующего внутреннюю поверхность нагревателя из углеродсодержащего материала от взаимодействия с атмосферой камеры выращивания, содержащей пары SiO . Этот слой также препятствует разрушению нагревателя и увеличивает срок его службы. Защитный слой из нитрида кремния может быть нанесен непосредственно на внутреннюю поверхность нагревателя. Также возможно изготовление тонкостенного цилиндра из нитрида кремния, который помещают в нагреватель вплотную к его внутренней поверхности.

Инерционность нагревателя характеризуется величиной $\delta \cdot \rho \cdot c$, где: δ - толщина стенки нагревателя, м; ρ - плотность материала, из которого изготовлен нагреватель, кг/м^3 ; c - удельная теплоемкость материала, из которого изготовлен нагреватель (при рабочей температуре), $\text{Дж/кг} \cdot \text{К}$. Оптимальные условия характеризуются соотношением $\delta \cdot \rho \cdot c = 500-8500 \text{ Дж/м}^2 \cdot \text{К}$, которое получено, исходя из следующих соображений:

При протекании электрического тока на нагревателе выделяется тепловая мощность, равная $P = q F$, где: P - тепловая мощность, Вт; F - площадь нагревателя (точнее того его участка, на котором выделяется основное количество энергии), м^2 ; q - суммарная плотность теплового потока, состоящего из двух частей: тепла, выделяемого в результате протекания электрического тока, и тепла, рассеиваемого в результате теплообмена с окружающей средой, Вт/м^2 .

За время dt в нагревателе аккумулируется количество теплоты, равное

$dQ = P \cdot dt$, где dt - интервал времени, с; dQ - изменение аккумулированного нагревателем тепла, Дж.

Известно из [4], что $dQ = m \cdot c \cdot dT$, где: m - масса нагревателя, кг; c - удельная теплоемкость материала нагревателя, Дж/кг·К; dT - интервал изменения температуры нагревателя, К.

Таким образом, можно записать:

$P \cdot dt = m \cdot c \cdot dT$ или $dt = m \cdot c \cdot dT / F \cdot q$, но $m = \rho \cdot V$, где V - объем нагревателя, m^3 .

Поскольку $V = F \cdot \delta$, то $dt = \delta \cdot \rho \cdot c \cdot dT / q$ или $\tau = \delta \cdot \rho \cdot c \cdot \int_{T_1}^{T_2} dT / q$,

где τ - время, за которое температура нагревателя изменяется от T_1 до T_2 при суммарной плотности теплового потока, равной q .

Величина $\delta \cdot \rho \cdot c$ эквивалентна величине $m \cdot c / F$.

Сравнение инерционности различных нагревателей производится по значению τ .

При одинаковой разности температур и одинаковых плотностях потока тепла, т.е. одинаковых значениях интеграла, время определяется значением произведения $\delta \cdot \rho \cdot c$ (или $m \cdot c / F$). Чем меньше τ , тем менее инерционным является нагреватель. Соотношение $\delta \cdot \rho \cdot c$ (или $m \cdot c / F$) связывает теплофизические свойства материала, из которого изготовлен нагреватель, и его размеры.

Если величина произведения толщины стенки нагревателя на удельную теплоемкость и плотность материала, из которого он изготовлен, будет меньше 500 Дж/ $m^2 \cdot K$, то срок службы нагревателя будет недостаточным и составит примерно пять процессов, что недопустимо при работе в промышленных условиях.

Если величина произведения $\delta \cdot \rho \cdot c$ будет больше 8500 Дж/ $m^2 \cdot K$, то расход гибкого углеродсодержащего материала неоправданно возрастет, а срок службы нагревателя увеличиваться не будет. Инерционность нагревателя в этом случае также будет излишне высокой. Кроме того, здесь возникают сложности, связанные с согласованием слишком малого электрического сопротивления нагревателя (нагрузки) с источником силового питания.

В предложенном устройстве кольца из углеродного материала нагревателя соединены с источником тока, либо непосредственно (через токоподводы), либо через

теплоизолирующие экраны.

В последнем случае экран одновременно с теплоизолирующей функцией, выполняет также роль токоподвода, что позволяет более симметрично подвести электрический ток к нагревателю и улучшить технологичность устройства.

Покрытие внешней поверхности нагревателя нитридом кремния, а также изготовление подставки и тигля из нитрида кремния увеличивает срок службы соответствующих конструктивных элементов, а также позволяет устранить загрязнение расплава и растущего кристалла атомами углерода, поступающими с их поверхностей из-за химического взаимодействия с парами SiO .

Дополнительное уплотнение нагревателя различными материалами увеличивает срок его службы. Это происходит за счет того, что при уплотнении пироуглеродом уменьшается процесс термохимической коррозии поверхности. Карбид кремния, создавая промежуточный слой, улучшает адгезию наносимого слоя нитрида кремния и уменьшает разрушение этого слоя, вызываемое различием коэффициентов термического сопротивления нитрида кремния и углеродсодержащего материала нагревателя. При этом материал нагревателя становится более жестким.

Ткань и войлок, изготовленные из кремнеземного или кварцевого волокна, при их размещении на нагревателе и/или экранах, создают дополнительную тепловую изоляцию.

В тоже время они не загрязняют растущий кристалл углеродом. Ткань размещается таким образом, чтобы соседние слои не прилегали непосредственно друг к другу, и между ними существовал промежуток от 2 до 5 мм, так как это увеличивает теплоизоляционные свойства экранировки при высоких температурах. Ткань и/или войлок после их размещения также могут быть уплотнены, например, нитридом кремния.

При изготовлении экрана в качестве гибкого углеродсодержащего материала можно использовать различные материалы, созданные на базе углерода: углеродную ткань типа «Урал», углеродное волокно, уплотненные различными веществами (например, пироуглеродом, карбидом кремния и т.д.), терморасширенный прокатанный графит и т.п.

Из уровня техники известно использование углеродной ткани и углеродного волокна, в том числе уплотненных пироуглеродом, в системах экранирования установок для выращивания монокристаллов. В предлагаемом изобретении гибкий углеродсодержащий материал используется не для экранирования, а для изготовления из него нагревателя, а именно, в качестве электрического сопротивления нагрузки в замкнутой электрической сети, на котором происходит выделение энергии вследствие протекания через него электрического тока. В связи с этим решаются проблемы, связанные с работой нагревателя, например, снижение массы и расхода электроэнергии, снижение инерционности нагревателя и улучшение управления нагревом-охлаждением.

Сущность изобретения поясняется чертежами.

На фигуре 1 изображен продольный разрез устройства.

В камере 1 установки для выращивания монокристаллов размещены тигель 2 в подставке 3, находящейся на штоке 4, подсоединенном к системе вращения и подъема (не показаны на фигуре). Тигель 2 окружен нагревателем в виде цилиндра 5, выполненного из гибкого углеродсодержащего материала. Нагреватель 5 изготовлен, например, путем намотки на оправку углеродной ткани с последующим сшиванием шва, либо вязанием из углеродного волокна, либо свертыванием на оправку терморасширенного графита и т.п. Внутренняя поверхность нагревателя покрыта слоем нитрида кремния. Торцы цилиндра закреплены между коаксиально расположенными кольцами из углеродного материала 6, 7, 8 и 9. При этом кольца придают углеродсодержащему материалу необходимую форму, удерживая его в растянутом положении и препятствуя образованию складок, а также служат для подведения электрического тока к нагревателю. Нагреватель окружен теплоизолирующими экранами: боковым 10 и донным экраном 11. Экраны 10 и 11, подставка 3 и шток 4 изготовлены из углеродного материала, например, графита, на обрабатывающих станках и покрыты слоем нитрида кремния. Кольца 6 и 9 подсоединены к токоподводу 12, кольца 7 и 8 — к токоподводу 13, через которые электроэнергия подается на нагреватель 5. К этим токоподводам подсоединены силовые кабели питания установки от источника тока 14. На боковом цилиндрическом экране 10 и донном горизонтальном экране 11, расположена тепловая изоляция 15 из ткани и

войлока, изготовленных из кремнеземного или кварцевого волокна. Тигель 2 содержит расплав 16, из которого вытягивают монокристалл 17.

На фигуре 2 представлен продольный разрез устройства, в котором электроэнергия подается на нагреватель через экраны 10 и 11, выполняющие одновременно функцию токоподводов. Экраны 10 и 11 при этом электрически изолированы от камеры выращивания 1.

В камере 1 размещен тигель 2 в подставке 3, находящейся на штоке 4, подсоединенном к системе вращения и подъема (не показаны на фигуре). Тигель 2 окружен нагревателем в виде цилиндра 5, выполненного из гибкого углеродсодержащего материала. Торцы цилиндра закреплены между коаксиально расположенными углеродными кольцами 6, 7, 8 и 9. Кольца 7 и 8 крепятся к боковому цилиндрическому экрану 10, а кольца 6 и 9 — к донному торцевому экрану 11. Экраны 10 и 11 крепятся соответственно к токоподводам 12 и 13, к которым в свою очередь подсоединены силовые кабели питания установки от источника тока 14.

Экраны 10 и 11, подставка 3 и шток 4 выполнены из углеродного материала, например, из графита или графитовой крошки, смешанной с бакелитовым лаком и отожженным при температуре 300°C , а затем покрыты слоем нитрида кремния [5]. На боковом экране 10 и торцевом горизонтальном экране 11 расположена тепловая изоляция 15 из ткани и войлока, изготовленных из кремнеземного или кварцевого волокна. Тигель 2 содержит расплав 16, из которого вытягивают монокристалл 17. В данном случае, вместо покрытия внутренней поверхности нагревателя 5 слоем нитрида кремния, он содержит тонкостенный цилиндр 18 с буртиком 19 из нитрида кремния, который расположен вплотную к внутренним стенкам нагревателя.

На фигуре 3 представлен вариант устройства, в котором только боковой экран 10 играет роль токоподвода, а подвод тока через донный экран 11 не производится. Донный экран 11 изготовлен из нитрида кремния, в виде чаши и находится ниже нагревателя, на дне камеры 1, предотвращая взаимодействие расплава кремния со стенкой камеры 1 при аварийном его проливе. Нижняя пара графитовых колец 6 и 9 соединены непосредственно с токоподводом 12, а верхняя пара колец 7 и 8 крепится к боковому экрану 10, который соединен в свою очередь с токоподводом 13. Тигель 2 и

подставка 3 выполнены из нитрида кремния и представляют собой одно целое. Внутренняя поверхность нагревателя 5 покрыта слоем нитрида кремния.

На фигуре 4 представлен вариант устройства, изображенного на фигуре 3, в котором дополнительно установлена система верхних экранов, состоящая из цилиндрического экрана 20 и плоского горизонтального экрана 21. Эта экранировка позволяет снизить тепловые потери. Кроме того, установлен также цилиндрический экран 22, который дополнительно экранирует растущий монокристалл от нагревателя, что позволяет получить в нем больший градиент температуры и увеличить скорость выращивания. Экран 22 также улучшает фокусировку потока аргона. Система дополнительных верхних экранов может быть изготовлена из нитрида кремния или из углеродного материала, например, графита, композита углерод-углерод.

Работа устройства поясняется следующими примерами.

Пример 1

При выращивании монокристалла кремния диаметром 150 мм, легированного бором, из поликристаллического кремния с содержанием углерода $3 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$ применяют устройство, представленное на фигуре 1. Используют кварцевый тигель с внешним диаметром 356 мм, при загрузке 30 кг. Нагреватель 5 изготавливается путем вязания из углеродного волокна цилиндра с толщиной стенки 0,6 мм (0,0006 м) с использованием графитовой оправки. Затем торцы цилиндра отгибают в горизонтальную плоскость и зажимают контактными кольцами 6,7,8,9. На внутреннюю поверхность цилиндра нагревателя 5 (после удаления оправки) наносят тонкий слой нитрида кремния. Операцию нанесения этого слоя осуществляют путем размещения слоя мелкодисперсного порошка кремния (например, при помощи кисти наносят слой эмульсии из порошка кремния и этилового спирта с последующим просушиванием) и дальнейшего его азотирования при температуре 1100-1450 °С в течение 40 часов в атмосфере азота при давлении 0,5-1,2 атм. [5]. Подставку 3 и шток 4, экраны 10 и 11 изготавливают из графита и покрывают слоем нитрида кремния [5].

Удельная теплоемкость материала нагревателя составляет [6] - 2077 Дж/кг·К (при рабочей температуре 1600 °С, т.е. 1873 К), плотность материала нагревателя после вязки $\rho_{\text{исх.}} = 401,22 \text{ кг/м}^3$, то есть произведение $\delta \cdot \rho$ с равно 500 Дж/м² · К.

После установки кварцевого тигля 2 в подставку 3 и заполнения его загрузкой кремния и лигатурой бора, камеру 1 герметизируют, создают в ней вакуум 10^{-3} мм.рт.ст. и включают электропитание. Электрический ток от источника питания 14 идет по токоподводу 13, затем по кольцам 7 и 8, нагревателю 5, после чего по кольцам 6, 9 и токоподводу 12 возвращается к источнику питания 14. Наибольшим сопротивлением в этой последовательной цепи обладает нагреватель 5, и на нем выделяется основная часть тепла. Нагреватель 5 разогревается до рабочей температуры 1600°C . За счет передачи тепла излучением от нагревателя, разогревается и расплавляется загрузка кремния 16 (температура расплава $1412-1500^{\circ}\text{C}$). Затем в камеру подают аргон, поддерживая в камере давление 10-20 мм.рт.ст., при одновременной постоянной откачке вакуумным насосом (на фигуре не показан). После этого в расплав опускают затравочный кристалл и выращивают монокристалл 17.

После окончания процесса выращивания монокристалл охлаждают, вынимают из камеры, вырезают из него образцы и определяют содержание углерода, которое составляет $5 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$.

Нагреватель имеет малую инерционность. Время τ , характеризующее инерционность нагревателя, определяют сразу после расплавления загрузки, как время от момента уменьшения мощности на 10% до момента, когда температура нагревателя перестанет изменяться. Измерения проводят с помощью пирометра, соединенного с самописцем. Время τ составляет 45 с по сравнению с 450 с у прототипа.

Нагреватель сохраняет свою работоспособность в течение 20 циклов вытягивания.

Расход электроэнергии на 1 кг готовой продукции уменьшается здесь на 20 % и составляет 125 квт.час/кг, по сравнению со 155 квт.час/кг у прототипа.

Пример 2

Вытягивание монокристалла производится с использованием устройства, представленного на фигуре 2. Получают монокристалл кремния диаметром 150 мм из поликристаллического кремния с содержанием углерода $3 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$, легированный бором. Используют кварцевый тигель с внешним диаметром 356 мм при загрузке 30 кг. Экраны 10 и 11 изготавливают из графита, они электрически изолированы от

камеры 1. Нагреватель 5 изготавливают следующим образом: наматывают углеродную ткань типа «Урал» в два слоя на оправку из графита. После этого разрезают верхний торец цилиндра на лепестки, которые отгибают в горизонтальную плоскость зажимают между кольцами 7 и 8 из углеродного материала (длина лепестков равна ширине колец 7 и 8), а нижний торец зажимают между кольцами 6 и 9. Затем сшивают вертикальный шов углеродной нитью. После удаления оправки нагреватель и теплоизолирующие экраны-токоподводы уплотняют пироуглеродом по известной методике [7] в течение 10 часов, при температуре 1050 °С, давлении 28 мм.рт.ст. в потоке газа (метана) 10 см/с. Затем ткань нагревателя пропитывают эмульсией, содержащей этиловый спирт и мелкодисперсный порошок кремния, после чего производят отжиг в вакууме при температуре сначала 1300°С (3 часа), а затем 1500°С в течение 5 часов. При этом порошок кремния и углеродсодержащий материал нагревателя, взаимодействуя между собой, превращаются в карбид кремния. Толщина стенки нагревателя составляет 1,5 мм (0,0015 м). Учитывая, что удельная теплоемкость материала нагревателя составляет [6] - 2077 Дж/кг·К (при рабочей температуре 1600 °С, т.е. 1873 К), исходная плотность материала нагревателя $\rho_{\text{исх}} = 400 \text{ кг/м}^3$, а плотность после уплотнения $\rho = 800 \text{ кг/м}^3$, произведение $\delta \cdot \rho$ с равно 2492 Дж/м². Экраны-токоподводы 10 и 11 из графита покрывают слоем нитрида кремния [5]. Подставку 3 и шток 4 изготавливают из графита и также как экраны 10, 11 покрывают слоем нитрида кремния [5].

Затем внутрь нагревателя, вплотную к его внутренней поверхности, помещают тонкостенный цилиндр 18 из нитрида кремния (толщина стенки 1,0 мм) с буртиком 19. Этот цилиндр защищает нагреватель 5 и верхние контактные кольца 7 и 8 от химического взаимодействия с атмосферой камеры выращивания, содержащей пары SiO. Цилиндр из нитрида кремния изготавливают по известной методике [5], а затем уменьшают толщину его стенки на токарном станке.

После установки кварцевого тигля 2 в подставке 3 и заполнения его загрузкой кремния и лигатурой бора, камеру 1 герметизируют, создают в ней вакуум (остаточное давление $1 \cdot 10^{-3}$ мм.рт.ст.) и включают электропитание. Электрический ток от источника питания 14 идет через токоподвод 13 к донному экрану 11, выполняющему

роль токоподвода, затем по кольцам 6 и 9 на нагреватель 5, кольца 7 и 8, экран-токоподвод 10, токоподвод 12, после чего опять к источнику питания 14. Наибольшим сопротивлением в этой последовательной цепи обладает нагреватель 5, и на нем выделяется основная часть тепла. Нагреватель 5 разогревается до рабочей температуры 1600 °С. За счет передачи тепла излучением от нагревателя, разогревается и расплавляется загрузка кремния 16 (температура расплава 1412 - 1500 °С). Затем в камеру подают аргон, поддерживая в камере давление 10-20 мм.рт.ст., при одновременной постоянной откачке вакуумным насосом (на фигуре не показан). После этого в расплав опускают затравочный кристалл и выращивают монокристалл 17.

После окончания процесса выращивания монокристалл охлаждают, вынимают из камеры, вырезают из него образцы и определяют содержание углерода в полученном кристалле, которое составляет здесь 4×10^{15} .

Нагреватель имеет малую инерционность. Время τ , характеризующее инерционность нагревателя, определяют, как указано выше. Время τ составляет 60 с, по сравнению с 450 с у прототипа. Нагреватель сохраняет свою работоспособность в течение 200 циклов вытягивания.

Расход электроэнергии на 1 кг готовой продукции уменьшается здесь на 13 % и составляет 135 квт.час/кг, по сравнению со 155 квт.час/кг у прототипа.

Пример 3

При выращивании монокристалла кремния диаметром 150 мм из загрузки 30 кг используют тигель 2 и подставку 3, изготовленные как одно целое из нитрида кремния с внешним диаметром 370 мм. Кроме того, устройство содержит боковой экран-токоподвод 10 (см. фигуру 3), к которому сверху прикреплено графитовое кольцо 8 и снизу подведен токоподвод 13. Токоподвод 12 соединен с нижней парой графитовых колец 6 и 9. Донный экран 11 не соединен с электрической цепью и расположен на дне камеры 1. Цилиндрический нагреватель 5 изготавливают из терморасширенного прокатанного графита. Толщина стенки нагревателя равна 2 мм (0,002 м). Торцы цилиндра разрезают на лепестки, отгибают их и зажимают между контактными кольцами 7,8 и 6,9, соответственно. На внутреннюю и внешнюю поверхности нагревателя наносят тонкий слой нитрида кремния. Экран 10 и шток 4 изготовлены из

графита и покрыты слоем нитрида кремния. Экраны 10 и 11 имеет тепловую изоляцию 15 из ткани, изготовленной из кремнеземного волокна. Экран 11 изготовлен из нитрида кремния и представляет собой чашу, которая служит как для тепловой изоляции, так и для предотвращения прямого взаимодействия расплава кремния с водяной рубашкой камеры 1 в случае аварийного пролива расплава 16 из тигля 2(3) при его разрушении.

Удельная теплоемкость материала нагревателя составляет [6] - $2077 \text{ Дж/кг}\cdot\text{К}$ (при рабочей температуре 1600°C , т.е. 1873 K), плотность материала нагревателя $\rho_{\text{исх.}} = 2000 \text{ кг/м}^3$, то есть произведение $\delta \cdot \rho$ с равно $8308 \text{ Дж/м}^2 \cdot \text{К}$. После заполнения тигля 2 загрузкой кремния и лигатурой бора, камеру 1 герметизируют, создают в ней вакуум $10^{-3} \text{ мм.рт.ст.}$ и включают электропитание. Электрический ток от источника питания 14 идет по токоподводу 12 на кольца 6,9, нагреватель 5, после чего по кольцам 7, 8 и экрану-токоподводу 10 через токоподвод 13 возвращается к источнику питания 14. Нагреватель 5 разогревается до рабочей температуры 1600°C . За счет передачи тепла излучением от нагревателя разогревается и расплавляется загрузка кремния 16. Затем в камеру подают аргон, поддерживая в камере давление $10\text{-}20 \text{ мм.рт.ст.}$, при одновременной постоянной откачке вакуумным насосом (на фигуре не показан). После этого в расплав опускают затравочный кристалл и выращивают монокристалл 17.

После окончания процесса выращивания монокристалл охлаждают, вынимают из камеры, вырезают из него образцы и определяют содержание углерода в полученном кристалле, которое составляет здесь $5 \times 10^{-15} \text{ см}^{-3}$.

Нагреватель имеет малую инерционность. Время τ , характеризующее инерционность нагревателя, определяют как время от момента понижения мощности на 10% до момента, когда температура нагревателя перестанет изменяться. Измерения проводят с помощью пирометра, соединенного с самописцем. Время τ составляет 50 с, по сравнению с 450 с у прототипа.

Расход электроэнергии на 1 кг готовой продукции уменьшается здесь на 10 % и составляет 140 квт.час/кг , по сравнению с 155 квт.час/кг у прототипа.

Нагреватель сохраняет свою работоспособность в течение 150 циклов вытягивания.

Пример 4

Вытягивание монокристалла производят в устройстве, представленном на фигуре 4. Дополнительная система верхних экранов здесь изготовлена из нитрида кремния [5].

Выращивание кристалла проводят так же, как это описано в Примере 3.

После окончания процесса выращивания монокристалл охлаждают, вынимают из камеры, вырезают из него образцы и определяют содержание углерода в полученном кристалле, которое составляет здесь $5 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$.

Нагреватель имеет малую инерционность. Время τ , характеризующее инерционность нагревателя, определяют как время от момента понижения мощности на 10% до момента, когда температура нагревателя перестанет изменяться. Измерения проводят с помощью пирометра, соединенного с самописцем. Время τ составляет 50 с, по сравнению с 450 с у прототипа.

Расход электроэнергии на 1 кг готовой продукции уменьшается здесь на 20 % и составляет 125 квт.час/кг, по сравнению с 155 квт.час/кг у прототипа.

Нагреватель сохраняет свою работоспособность в течение 150 циклов вытягивания.

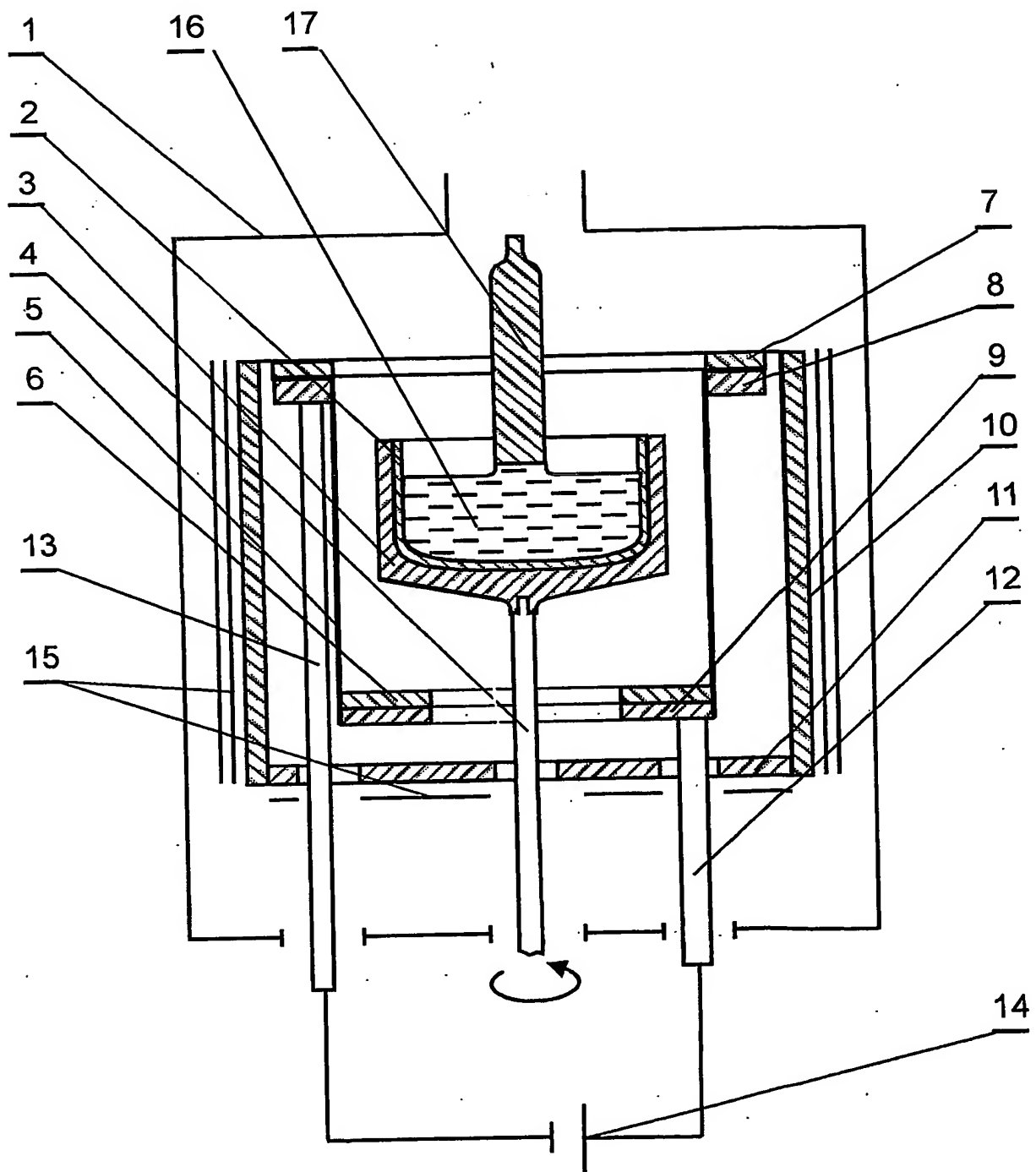
Описание работы устройства для вытягивания монокристаллов, выполненного в соответствии с заявленным изобретением, доказывает возможность реализации назначения изобретения и достижения указанного технического результата, но при этом не исчерпывает всех возможностей осуществления изобретения, охарактеризованного совокупностью признаков, приведенных в формуле изобретения.

ИСТОЧНИКИ ИНФОРМАЦИИ

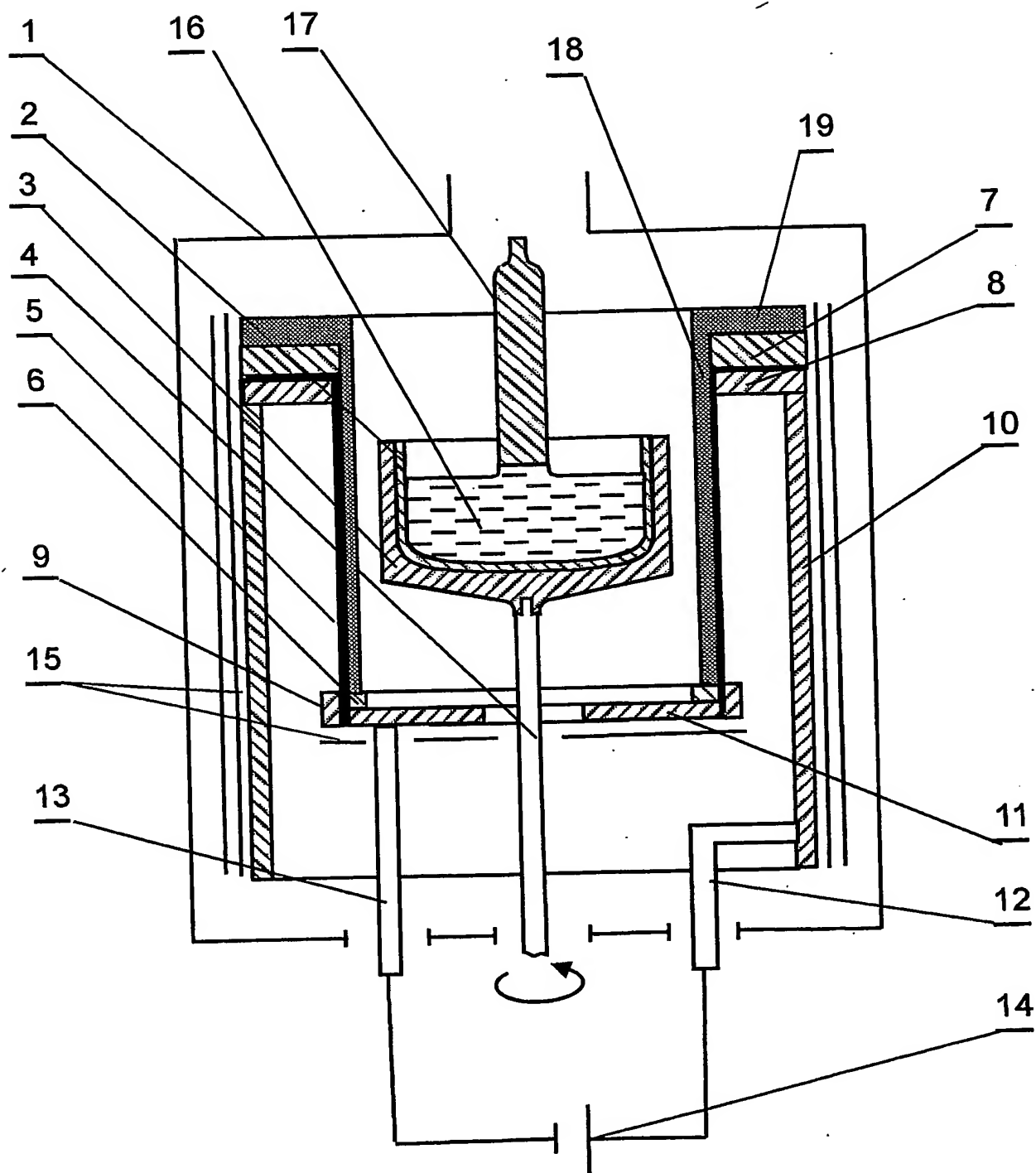
1. Патент РФ № 2081948, С 30В 15/14, опубл. 20.06.97.
2. Патент РФ № 2097451, С 30В 15/14, опубл. 27.11.97.
3. Заявка Японии № 10-291896, С 30В 29/06, опубл. 04.11.98 г.
4. Политехнический словарь под редакцией И.И.Аробоевского, М., Советская энциклопедия, 1979 г., стр. 492.
5. Р.А.Андриевский, И.И.Спивак «Нитрид кремния и материалы на его основе», М., Металлургия, 1984 г. стр. 38-84 .
6. «Свойства конструкционных материалов на основе углерода». Справочник под редакцией Б.А.Соседова., М., Металлургия, 1975.
7. Журнал «Цветные металлы», № 9, 1980 г., стр. 49-52 .

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

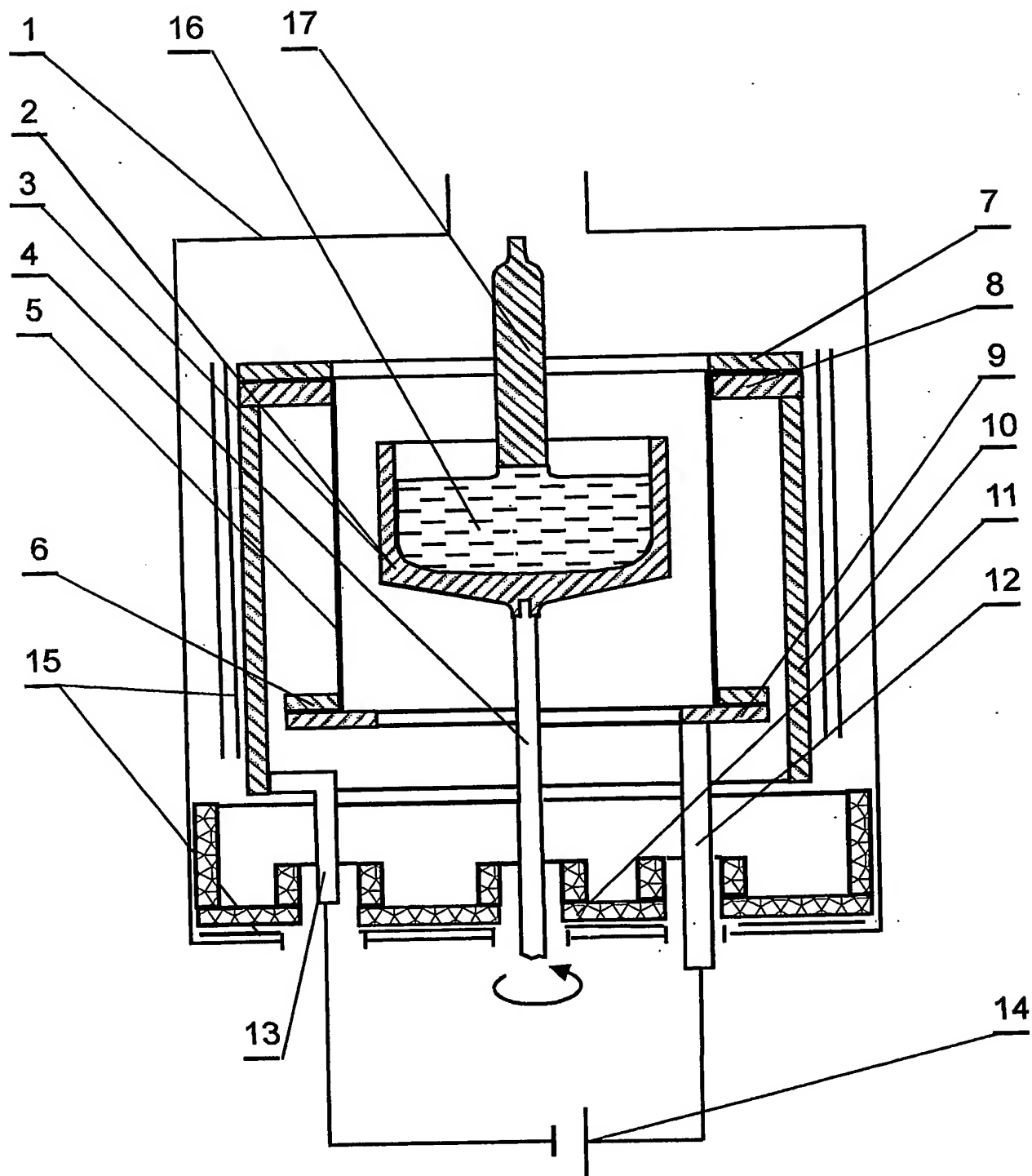
1. Устройство для вытягивания монокристаллов, содержащее тигель с подставкой, нагреватель и, по меньшей мере, один теплоизолирующий экран, ОТЛИЧАЮЩЕЕСЯ ТЕМ, что нагреватель выполнен из гибкого углеродсодержащего материала в виде цилиндра, торцы которого закреплены между коаксиально расположенными жесткими кольцами из углеродного материала, подсоединенными к источнику тока, причем на поверхности нагревателя с внутренней стороны расположен слой нитрида кремния.
2. Устройство по п.1, отличающееся тем, что нагреватель выполнен с толщиной стенки, определяемой из соотношения:
 $\delta \cdot \rho \cdot c = 500-8500 \text{ Дж/м}^2 \cdot \text{К}$, где:
 δ - толщина стенки нагревателя, м;
 ρ - плотность материала, из которого изготовлен нагреватель, кг/м^3 ;
 c - удельная теплоемкость материала, из которого изготовлен нагреватель (при рабочей температуре), $\text{Дж/кг} \cdot \text{К}$.
3. Устройство по п.1 или п.2, отличающееся тем, что кольца из углеродного материала подсоединены к источнику тока через теплоизолирующие экраны.
4. Устройство по п.1 или п.2 или п.3, отличающееся тем, что на поверхности нагревателя с внешней стороны расположен слой нитрида кремния.
5. Устройство по любому из п.п.1-4, отличающееся тем, что тигель или подставка выполнены из нитрида кремния.
6. Устройство по любому из п.п.1-4, отличающееся тем, что тигель и подставка выполнены из нитрида кремния и представляют собой одно целое.
7. Устройство по любому из п.п.1-6, отличающееся тем, что углеродсодержащий материал нагревателя дополнительно уплотнен пироуглеродом и/или карбидом кремния.
8. Устройство по любому из п.п.1-7, отличающееся тем, что дополнительно содержит теплоизолятор из ткани и/или войлока, изготовленных из кремнеземного или кварцевого волокна.



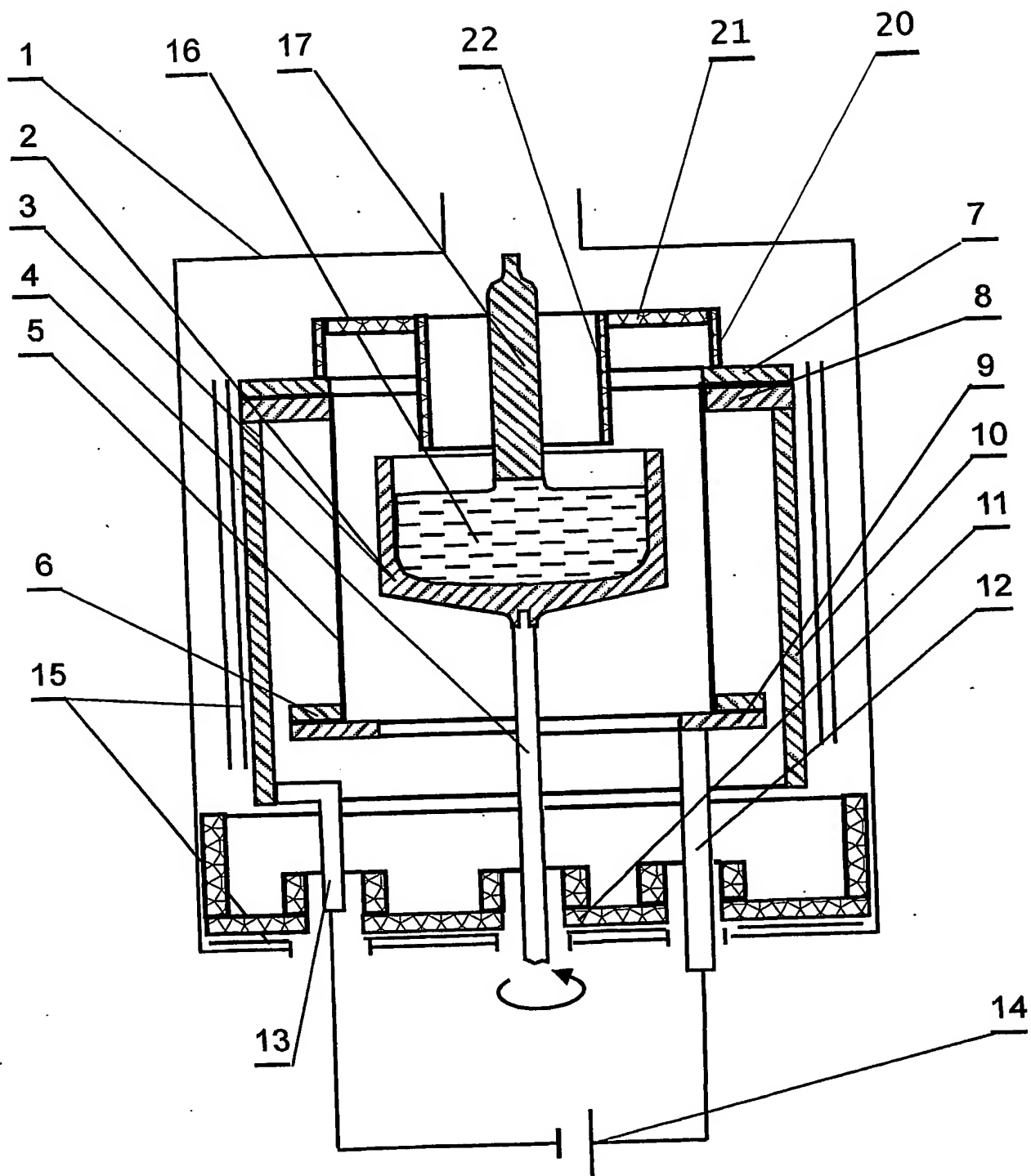
Фигура 1



Фигура 2



Фигура 3



Фигура 4

МПК7: С 30В 15/10

РЕФЕРАТ

УСТРОЙСТВО ДЛЯ ВЫТЯГИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ

Изобретение может быть использовано при выращивании монокристаллов полупроводников и полупроводниковых соединений методом Чохральского.

Устройство содержит тигель с подставкой, нагреватель и, по меньшей мере, один теплоизолирующий экран, причем, согласно изобретению, нагреватель выполнен из гибкого углеродсодержащего материала в виде цилиндра, торцы которого закреплены между коаксиально расположенными жесткими кольцами из углеродного материала, подсоединенными к источнику тока и на поверхности нагревателя с внутренней стороны расположен слой нитрида кремния. Нагреватель может быть выполнен с толщиной стенки, определяемой из соотношения: $\delta \cdot \rho \cdot c = 500-8500 \text{ Дж/м}^2 \cdot \text{К}$, где:

δ - толщина стенки нагревателя, м; ρ - плотность материала, из которого изготовлен нагреватель, кг/м^3 ; c - удельная теплоемкость материала, из которого изготовлен нагреватель (при рабочей температуре), $\text{Дж/кг} \cdot \text{К}$. Кольца из углеродного материала могут быть подсоединены к источнику тока через теплоизолирующие экраны.

7 з.п. формулы, 4 фигуры.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.